

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 8月23日

出願番号

Application Number:

特願2002-243824

[ST.10/C]:

[JP2002-243824]

出願人

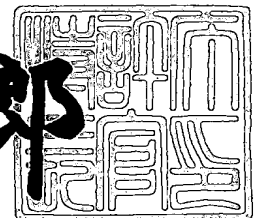
Applicant(s):

シャープ株式会社

2003年 4月25日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3030488

【書類名】 特許願

【整理番号】 1020729

【提出日】 平成14年 8月23日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B01F 3/08

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社内

【氏名】 原田 吉典

【特許出願人】

【識別番号】 000005049

【住所又は居所】 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

【氏名又は名称】 シャープ株式会社

【代理人】

【識別番号】 100064746

【弁理士】

【氏名又は名称】 深見 久郎

【選任した代理人】

【識別番号】 100085132

【弁理士】

【氏名又は名称】 森田 俊雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100083703

【弁理士】

【氏名又は名称】 仲村 義平

【選任した代理人】

【識別番号】 100096781

【弁理士】

【氏名又は名称】 堀井 豊

【選任した代理人】

【識別番号】 100098316

【弁理士】

【氏名又は名称】 野田 久登

【選任した代理人】

【識別番号】 100109162

【弁理士】

【氏名又は名称】 酒井 將行

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008693

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0208500

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属水溶液自動希釈装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 希釈対象である原液を蓄える原料供給部と、

前記原液を希釈するために、前記原料供給部から送液された前記原液と希釈用液とを混合して希釈液とする希釈タンクと、

前記希釈タンク中の前記希釈液の光吸収度合いを測定する測定装置と、

前記測定装置により測定された前記光吸収度合いから求められた希釈倍率が所定の値となるように前記希釈タンク中の前記希釈液を電子天秤により計量する計量装置と、

前記測定装置による測定値と前記計量装置による計量値とをモニタし、かつ前記測定装置により測定された前記光吸収度合いに基づき前記希釈倍率が所定の値となるように前記希釈タンクへ送液される前記原液および前記希釈用液の少なくともいずれかの量を演算し制御する制御部とを備えた、金属水溶液自動希釈装置

。

【請求項 2】 前記希釈タンクから送液されてきた前記希釈液を貯蔵し、かつ圧縮ガスにより前記希釈液を送液する機構を備えた数個の密閉タンクを有する仕上げ部をさらに備えたことを特徴とする、請求項 1 に記載の金属水溶液自動希釈装置。

【請求項 3】 前記原液供給部は、前記原液を蓄えるための交換可能なボトルを有し、かつ前記ボトル内に蓄えられた前記原液を圧縮ガスにより前記希釈タンクへ送液する構成を有することを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の金属水溶液自動希釈装置。

【請求項 4】 前記希釈タンクは、圧縮ガスを内部に取り込み外部へ排出するパージ機構を有することを特徴とする、請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の金属水溶液自動希釈装置。

【請求項 5】 圧縮ガスを内部に取り込み外部へ排出するパージ機構を有するホッパーを、前記希釈タンクから前記希釈液を送液する経路にさらに備え、

前記希釈タンクと前記測定装置とを繋ぐ配管の少なくとも一部がスパイラルチ

ューブであることを特徴とする、請求項 4 に記載の金属水溶液自動希釈装置。

【請求項 6】 太さの異なる少なくとも 2 本の配管により前記希釈タンクに前記希釈用液が投入されることを特徴とする、請求項 5 に記載の金属水溶液自動希釈装置。

【請求項 7】 前記原液、前記希釈用液および前記希釈液に接する部分の材質がフッ素系樹脂よりなることを特徴とする、請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の金属水溶液自動希釈装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、金属水溶液自動希釈装置に関し、特に、%オーダーの濃縮金属水溶液を ppm オーダーまで自動で高精度に希釈する金属水溶液自動希釈装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

これまで、希釈方法は、作業者により対象金属粉体もしくは%オーダーの濃縮金属液を計量し、希釈用液と混合して、所要の濃度と量に希釈し、供給装置へ送液することにより行なわれていた。

【0003】

しかし、24 時間運用のため、複数の人員により手希釈するため希釈誤差が生じる。インラインで濃度管理しながら供給しなかったために、人員による希釈誤差や装置誤動作・故障による水混入トラブルなどの濃度変動による突発的な濃度異常が発生し、供給装置へ 100 % 安定した供給ができなかった。

【0004】

濃度測定においては、通常、ppm (parts per million:  $10^{-6}$ ) オーダーの金属濃度分析は、原子吸光分析装置や ICP 装置などの高級分析装置が使用される。これら、高級分析装置の使用に当たっては、分析精度の確保や装置の管理という点から湿度調整された環境の良い計器室内などに設置し、また測定する液は ppb (parts per billion:  $10^{-9}$ ) オーダーまで希釈する必要があるなどの

問題がある。

【0005】

他に、中和滴定法を用いた濃度測定法がある。しかし、この方法では、装置が大掛りになり、濃度測定にも時間がかかる。このため、数十リットル以上の液希釈タンクを有する場合などにはこの方法を採用することも可能だが、不定期に所要の濃度・量の希釈液を供給する希釈装置には、この方法の採用は困難である。

【0006】

また、希釈装置の従来技術としては、特開平6-307994号公報と特開平7-167756号公報とに開示された以下の技術が確認されている。

【0007】

特開平6-307994号公報には、送液された原液と希釈用液とを1個の容器中で希釈し、圧縮気体により遠隔の測定装置まで送液する装置が開示されている。

【0008】

この公報に開示された技術は、金属イオン濃度が高く、結晶が析出しやすい液を希釈する為に適用される液体希釈装置に関するものである。また、該技術では、希釈用液と濃縮液とが計量された後に送液され、1個のタンク内で攪拌希釈され、希釈動作完了後に圧縮空気により供給装置へ送液される。

【0009】

特開平7-167756号公報には、光吸収度合い等を測定する濃度計により原液と希釈用液との吸収度合い等を入力して希釈対象である液体の希釈用液による希釈倍率を演算し、容積や重量の厳密な測定を必要とせずに希釈する方法が開示されている。

【0010】

この公報に開示された技術は、発電プラントの水処理薬品等に適用される液体自動希釈装置に関するものである。該技術は、吸光度度合いにより算出する濃度計を用い、該測定結果より希釈率を算出する方法を採っている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、特開平 6 - 3 0 7 9 9 4 号公報に開示された装置では、一定体積の計量器に原液と希釈用液とを流入させ充填した後に希釈用タンクに送液する計量方法が採られているため、所要の液量を精度良く計量することが困難であるという問題点があった。

【 0 0 1 2 】

また、濃度管理を実施せず、計量だけに頼っているため、作製希釈液の信頼性が低いという問題点もあった。

【 0 0 1 3 】

また特開平 7 - 1 6 7 7 5 6 号公報に開示された装置では、アンモニアを p p b オーダーまで希釈する為、指標物質である 1 % エタノール溶液を添加する必要があるという問題点があった。

【 0 0 1 4 】

また、バルブ開閉時間だけで秤量を実施するが、バルブ開閉だけでは、秤量にばらつきが発生し、安定した希釈ができないという問題点もあった。

【 0 0 1 5 】

本発明は、% オーダーの濃縮液を所要の量・濃度の p p m オーダーの金属溶液に正確に希釈し、インラインで濃度管理しながら供給装置へ正確に送液する事が可能な金属水溶液自動希釈装置を提案することを目的とする。

【 0 0 1 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明の金属水溶液自動希釈装置は、原料供給部と、希釈タンクと、測定装置と、計量装置と、制御部とを備えている。原料供給部は、希釈対象である原液を蓄える。希釈タンクは、原液を希釈するために、原料供給部から送液された原液と希釈用液とを混合して希釈液とする。測定装置は、希釈タンク中の希釈液の光吸収度合いを測定する。計量装置は、測定装置により測定された光吸収度合いから求められた希釈倍率が所定の値となるように希釈タンク中の希釈液を電子天秤により計量する。制御部は、測定装置による測定値と計量装置による計量値とをモニタし、かつ測定装置により測定された光吸収度合いに基づき希釈倍率が所定の値となるように希釈タンクへ送液される原液および希釈用液の少なくともいずれ

かの量を演算し制御する。

【0017】

本発明の金属水溶液自動希釈装置によれば、測定装置により希釈タンク中の希釈液の光吸収度合いを測定し、かつその測定された光吸収度合いに基づき希釈倍率が所定の値となるように希釈タンク中の希釈液を計量装置の電子天秤により計量することにより、希釈ミス無くし、%オーダーの濃縮液（原液）を所要の量・濃度のppmオーダーの金属溶液に正確に希釈することが可能となる。

【0018】

また、制御部により、測定装置による測定値と計量装置による計量値とをモニタし、それに基づいて希釈タンクへ送液される原液・希釈用液の量を演算・制御するため、希釈倍率および調合量を連続的かつ自動的に測定・監視することが可能となる。

【0019】

また、安価に製作できる吸光光度計により希釈液濃度を測定するため、高価な原子吸光分析装置やICP装置などの高級分析装置による希釈液濃度のオフライン検査をする必要はない。また、電子天秤による秤量法により計量するため、ロードセルより一桁以上高い分解能での計量が可能となる。

【0020】

以上より、安価で、高精度な金属水溶液の希釈を実現する自動希釈装置を提供することが可能となる。

【0021】

さらに、原液は重量法によって指定量を希釈するため、液温変動による誤差もなく、手作業による場合のごとき経験、熟練を必要とせず、誰でも精度よく希釈できることから、人的誤差もなく、所要の濃度と量で、しかもモニタ表示により濃度・秤量計測結果の確認が容易であること、供給側の必要な濃度・量を希釈作製が実現できたことより、供給側においても柔軟な対応がとれるようになったことも効果としてあげられる。

【0022】

上記の金属水溶液自動希釈装置において好ましくは、希釈タンクから送液され



てきた希釈液を貯蔵し、かつ圧縮ガスにより希釈液を送液する機構を備えた数個のタンクを有する仕上げ部がさらに備えられている。

【 0 0 2 3 】

これにより、仕上げ部においてもコンタミネーションを混入させることなくタンクから送液することができる。

【 0 0 2 4 】

上記の金属水溶液自動希釈装置において好ましくは、原液供給部は、原液を蓄えるための交換可能なボトルを有し、かつボトル内に蓄えられた原液を圧縮ガスにより希釈タンクへ送液する構成を有する。

【 0 0 2 5 】

これにより、コンタミネーションを低減することができ、ppmオーダーの金属希釈をさらに精度良く行なうことができる。

【 0 0 2 6 】

上記の金属水溶液自動希釈装置において好ましくは、希釈タンクは、圧縮ガスを内部に取り込み外部へ排出するパージ機構を有する。

【 0 0 2 7 】

これにより、希釈液へのコンタミネーションの混入がなくなり、不純物のない希釈液を供給することができる。

【 0 0 2 8 】

上記の金属水溶液自動希釈装置において好ましくは、圧縮ガスを内部に取り込み外部へ排出するパージ機構を有するホッパーが、希釈タンクから希釈液を送液する経路にさらに備えられており、希釈タンクと測定装置とを繋ぐ配管の少なくとも一部がスパイラルチューブである。

【 0 0 2 9 】

これにより、希釈タンクから送液する配管の計量装置への影響を軽減することができる。

【 0 0 3 0 】

上記の金属水溶液自動希釈装置において好ましくは、太さの異なる少なくとも2本の配管により希釈タンクに希釈用液が投入される。

## 【 0 0 3 1 】

このような太さの異なる少なくとも 2 本の配管により希釈用液を投入することにより、自然と攪拌作用が生じるため、別個の攪拌部材を設ける必要がなくなる。また、ある程度まで供給スピードを上げ、攪拌効果を高めるために大きい配管を使用し、目的量に正確に投入するために小さい配管を使用することにより、できるだけ精密な投入制御を実現することもできる。

## 【 0 0 3 2 】

上記の金属水溶液自動希釈装置において好ましくは、原液、希釈用液および希釈液に接する部分の材質がフッ素系樹脂よりなる。

## 【 0 0 3 3 】

これにより、原液、希釈用液および希釈液に金属が接することがないため、金属のコンタミネーションを低減することができ、ppmオーダーの金属希釈をさらに精度良く行なうことができる。

## 【 0 0 3 4 】

## 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について図に基づいて説明する。

## 【 0 0 3 5 】

## (実施の形態 1)

図 1 は、本発明の実施の形態 1 における金属水溶液自動希釈装置の構成を示す全体の配管系統図である。図 1 を参照して、本実施の形態における金属水溶液自動希釈装置は、原液を残量確認しながら計量ホッパーに液を追加する方式であり、原料供給部 1 と、調合部 2 と、仕上げ部 3 と、制御部（図示せず）とを主に有している。

## 【 0 0 3 6 】

原料供給部 1 は、希釈対象である原液を蓄え、調合部 2 へ原液を送液するための部分である。

## 【 0 0 3 7 】

調合部 2 は、希釈タンクである計量ホッパー 2 1 と、測定装置である濃度計 2 2 と、計量装置である電子天秤 2 3 とを有している。計量ホッパー 2 1 は、原液

を希釈するために、原料供給部から送液された原液と希釈用液とを混合し希釈液とするためのものであり、密閉されていない。この計量ホッパー 2 1 には、バルブ V 1 を有する配管により原料供給部 1 から原液が送液され、バルブ V 2 を有する配管により希釈用液（例えば純水）が送液される。

## 【 0 0 3 8 】

濃度計 2 2 は、計量ホッパー 2 1 中の希釈液の光吸収度合いを測定する吸光光度計であり、対象液の紫外線スペクトルがその構成している成分濃度によって変化する原理を用いたものである。この濃度計 2 2 には、バルブ V 1 2 を有する配管により希釈用液が送液され、バルブ V 1 3 を有する配管により希釈液が計量ホッパー 2 1 から送液される。

## 【 0 0 3 9 】

電子天秤 2 3 は、濃度計 2 2 により測定された光吸収度合いから求められた希釈倍率が所定の値となるように計量ホッパー 2 1 中の希釈液を計量するものである。

## 【 0 0 4 0 】

仕上げ部 3 は、計量ホッパー 2 1 から送液されてきた希釈液を貯蔵し、かつ圧縮ガスにより送液する機構を備えた数個の密閉タンク 3 1、3 2 を有している。密閉タンク 3 1、3 2 の各々には、バルブ V 3 を有する配管とそれから分岐したバルブ V 4 を有する配管またはバルブ V 5 を有する配管とにより計量ホッパー 2 1 から希釈液が送液される。この密閉タンク 3 1、3 2 の各々には、バルブ V 1 4 を有する配管またはバルブ V 1 5 を有する配管により高圧ガス（例えば窒素）が供給される。密閉タンク 3 1、3 2 の各々に供給された高圧ガスは、密閉タンク 3 1、3 2 の各々に接続されたバルブ V 1 8 を有する配管またはバルブ V 1 9 を有する配管により外部へ排気される。このように高圧ガスを密閉タンク 3 1、3 2 の各々へ供給することにより、密閉タンク 3 1、3 2 中の希釈液が、バルブ V 6 を有する配管またはバルブ V 7 を有する配管を通じて送液側装置に送液される。

## 【 0 0 4 1 】

制御部は、濃度計 2 2 による測定値と電子天秤 2 3 による計量値とをモニタし

、かつ濃度計 2 2 により測定された光吸収度合いに基づき希釈倍率が所定の値となるように計量ホッパー 2 1 へ送液される原液および希釈用液の少なくともいずれかの量を演算し制御するものである。原液または希釈用液の計量ホッパー 2 1 へ送液量の制御は、たとえばバルブ V 1、V 2 の開度により行なわれる。

【 0 0 4 2 】

なお、濃度計 2 2 により測定された希釈液、計量ホッパー 2 1 から密閉タンク 3 1、3 2 へ送液された希釈液、および密閉タンク 3 1、3 2 内の希釈液は適宜排液される。

【 0 0 4 3 】

本実施の形態の金属水溶液自動希釈装置と特開平 6 - 3 0 7 9 9 4 号公報の装置とには、以下のような相違点がある。

【 0 0 4 4 】

(1) 上記公報の装置はスターラによる攪拌希釈を行なうが、本実施の形態の装置は発塵、エア混入防止を考慮して攪拌機構を有しない。

【 0 0 4 5 】

(2) 上記公報の装置は密閉容器内での希釈を実施するが、本実施の形態の装置は密閉容器による希釈を実施しない。

【 0 0 4 6 】

(3) 上記公報の装置は一定体積の計量器に原液と希釈用液を流入させ充填した後に希釈用タンクに送液する計量方法を実施するが、本実施の形態の装置は所要の液量を精度良く計量するため電子天秤による計量を実施する。

【 0 0 4 7 】

(4) 上記公報の装置は濃度管理を実施しないが、本実施の形態の装置は計量だけに頼らず、濃度管理も実施し、作製希釈液の信頼性を向上させている。

【 0 0 4 8 】

また、本実施の形態の金属水溶液自動希釈装置と特開平 7 - 1 6 7 7 5 6 号公報の装置とには、以下のような相違点がある。

【 0 0 4 9 】

(1) 上記公報では希釈対象がアンモニアであるが、本実施の形態では希釈

対象が金属水溶液である。

【 0 0 5 0 】

( 2 ) 上記公報の装置ではアンモニアを p p b オーダーまで希釈するために指標物質である 1 % エタノール溶液が添加されるが、本実施の形態の装置では p p b オーダーに希釈する対象が金属水溶液であるから他の溶液などを添加する必要がない。

【 0 0 5 1 】

( 3 ) 上記公報の装置はバルブ開閉時間だけで秤量を実施するが、バルブ開閉時間だけでは秤量にばらつきが発生し、安定した希釈ができない。本実施の形態の装置は、重量計による管理及び高精度な秤量を実施し、また後述するように希釈用液投入経路においても配管径を大小 2 種類以上にし、投入量を制御し、バルブ開閉時間に関しても、0. 1 秒単位設定で開閉するワンショットモードなどの追加動作を設けるなどのしくみで高精度な秤量を実現している。

【 0 0 5 2 】

( 4 ) 上記公報の装置は、濃度計測とバルブ開閉による希釈だけで、実投入液量の正確さを本実施の形態の装置のように秤量して確認していない。

【 0 0 5 3 】

( 5 ) 上記公報には、希釈液中に金属や塩などの溶解固形物は含まないと記載されており、本実施の形態は金属を対象としている。

【 0 0 5 4 】

以上より本実施の形態の金属水溶液自動希釈装置は以下の作用効果を奏する。

濃度計 2 2 により計量ホッパー 2 1 中の希釈液の光吸収度合いを測定し、かつその測定された光吸収度合いに基づき希釈倍率が所定の値となるように希釈タンク中の希釈液を電子天秤 2 3 により計量することにより、希釈ミス無くし、% オーダーの濃縮液（原液）を所要の量・濃度の p p m オーダーの金属溶液に正確に希釈することが可能となる。

【 0 0 5 5 】

また、制御部により、濃度計 2 2 による測定値と電子天秤 2 3 による計量値とをモニタし、それに基づいて計量ホッパー 2 1 へ送液される原液・希釈用液の量

を演算・制御するため、希釈倍率および調合量を連続的かつ自動的に測定・監視することが可能となる。

## 【 0 0 5 6 】

また、安価に製作できる吸光光度計 2 2 により希釈液濃度を測定するため、高価な原子吸光分析装置や I C P 装置などの高級分析装置による希釈液濃度のオフライン検査をする必要はない。また、電子天秤 2 3 による秤量法により計量するため、ロードセルより一桁以上高い分解能での計量が可能となる。

## 【 0 0 5 7 】

以上より、安価で、高精度な金属水溶液の希釈を実現する自動希釈装置を提供することが可能となる。

## 【 0 0 5 8 】

さらに、原液は重量法によって指定量を希釈するため、液温変動による誤差もなく、手作業による場合のごとき経験、熟練を必要とせず、誰でも精度よく希釈できることから、人的誤差もなく、所要の濃度と量で、しかもモニタ表示により濃度・秤量計測結果の確認が容易であること、供給側の必要な濃度・量を希釈作製が実現できたことより、供給側においても柔軟な対応がとれるようになったことも効果としてあげられる。

## 【 0 0 5 9 】

## (実施の形態 2)

図 2 は、本発明の実施の形態 2 における金属水溶液自動希釈装置の構成を示す全体の配管系統図である。図 2 を参照して、本実施の形態の装置の構成は、図 1 に示す構成と比較して、原料供給部 1 がたとえば 5 0 0 c c の原液を蓄えることのできる交換可能なボトル 1 a を有し、かつボトル 1 a 内に蓄えられた原液を圧縮ガス（たとえば窒素）により圧力をかけることにより計量ホッパー 2 1 へ送液する構成を有している点において異なる。

## 【 0 0 6 0 】

なお、これ以外の構成については、図 1 に示す構成とほぼ同じであるため同一の部材については同一の符号を付し、その説明を省略する。

## 【 0 0 6 1 】

本実施の形態によれば、ボトル 1 a が詰め替え方式であり、かつボトル 1 a 内に蓄えられた原液を圧縮ガスにより送液する方式であるため、コンタミネーションの混入が無くなり、人員による液漏れ、追加投入時の液飛びによる作業への被害、液漏れなどを無くすることができる。

【0062】

(実施の形態 3)

図 3 は、本発明の実施の形態 3 における金属水溶液自動希釈装置の計量ホッパーの構成を示す部分断面図である。図 3 を参照して、本実施の形態の構成は、計量ホッパー 2 1 が蓋 2 1 a に  $N_2$  パージ機構を備えている点において、実施の形態 1 および 2 の構成と異なる。

【0063】

蓋 2 1 a には窒素 ( $N_2$ ) ガスを供給するための配管 4 1 が固定されており、この配管 4 1 は計量ホッパー 2 1 の孔に隙間を持って挿入されている。これにより配管 4 1 の先端が計量ホッパー 2 1 の内部に達している。また、蓋 2 1 a と計量ホッパー 2 1 の上面との間には隙間がある。これにより、配管 4 1 によって計量ホッパー 2 1 内に供給された窒素ガスは、配管 4 1 と孔との隙間および蓋 2 1 a と計量ホッパー 2 1 の上面との間の隙間を介して計量ホッパー 2 1 の外部へ排气される。

【0064】

なお、これ以外の構成については、図 1 または図 2 に示す構成とほぼ同じであるため、その説明を省略する。

【0065】

本実施の形態によれば、計量ホッパー 2 1 が蓋 2 1 a に  $N_2$  パージ機構を備えているため、希釈液へのコンタミの混入が無くなり、不純物のない希釈液を供給することができる。

【0066】

(実施の形態 4)

図 4 は、本発明の実施の形態 4 における金属水溶液自動希釈装置の構成を示す全体の配管系統図である。図 4 を参照して、本実施の形態の装置では、 $N_2$  パージ

によるコンタミネーション混入防止機構を備えたホッパー 2 4 が、計量ホッパー 2 1 から仕上げ部 3 へ送液する経路に配置されている。このホッパー 2 4 には、バルブ V 3 を有する配管が希釈液を供給するために接続されており、かつ窒素ガスを供給するための配管が接続されている。ホッパー 2 4 内に供給された窒素ガスは、図 3 に示す構成と同様の構成により、ホッパー 2 4 外に排気される。

## 【 0 0 6 7 】

また、計量ホッパー 2 1 と濃度計 2 2 とを繋ぐ配管（つまりバルブ V 1 3 を有する配管）の少なくとも一部がスパイラルチューブである。また、希釈用液は 2 本の配管（つまり、バルブ V 2 a を有する配管とバルブ V 2 b を有する配管）とにより分岐されて計量ホッパー 2 1 に送液される。また、計量ホッパー 2 1 は、図 3 に示したような  $N_2$  パージ機構を有している。

## 【 0 0 6 8 】

なお、これ以外の構成については、図 2 に示す構成とほぼ同じであるため同一の部材については同一の符号を付し、その説明を省略する。

## 【 0 0 6 9 】

本実施の形態によれば、 $N_2$  パージによるコンタミネーション混入防止機構を有するホッパー 2 4 を設け、かつ濃度測定をサンプリングするための配管をスパイラルチューブにしたことにより、調合部 2 から送液する配管の計量部（電子天秤 2 3）への影響を低減することができる。

## 【 0 0 7 0 】

## （実施の形態 5）

本実施の形態では、希釈用液を計量ホッパー 2 1 に送液するための 2 本の配管（つまり、バルブ V 2 a を有する配管とバルブ V 2 b を有する配管）の太さ（流路径）が互いに異なっている。なお、配管が 2 本に分岐している場合について説明したが、互いに太さが異なるように 3 本以上に分岐していてもよい。

## 【 0 0 7 1 】

これ以外の構成については、図 4 に示す構成とほぼ同じであるため同一の部材については同一の符号を付し、その説明を省略する。

## 【 0 0 7 2 】



本願発明者は、攪拌の代行の意味で、計量ホッパー 2 1 に大小 2 種以上の太さの違う配管にて希釈用液を投入したときのタンク内残存液量と濃度との関係を調べた。その結果を図 5 および図 6 に示す。

【 0 0 7 3 】

図 5 および図 6 の結果より、各残液量において濃度がほぼ一定になることがわかった。

【 0 0 7 4 】

なお、図 5 の結果では濃度の最大値は 4 9 . 0 1 p p m、最小値は 4 8 . 7 4 p p m、平均は 4 8 . 8 3 p p m、ばらつきは 0 . 2 7 p p mであった。また、図 6 の結果では濃度の最大値は 5 . 0 4 p p m、最小値は 4 . 9 2 p p m、平均は 4 . 9 9 p p m、ばらつきは 0 . 1 2 p p mであった。

【 0 0 7 5 】

(実施の形態 6)

また本願発明者は、対象液の紫外線スペクトルが成分濃度によって変化する原理を用いた上記実施の形態の吸光光度計と誘導結合プラズマ原子分光分析 ( I C P - A E S : Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy) 測定器との測定誤差の検証を行なった。その結果を表 1 と図 7 ~ 図 9 とに示す。なお、図 7 ~ 図 9 は、表 1 の結果をグラフ中にプロットしたものである。

【 0 0 7 6 】

【表 1】

No.	サンプル ICP-AES 測定 濃度 (ppm)	吸光光度計による測定結果 (ppm)												ICP と の max 誤差	
		1	2	3	4	5	6	7	8	ave	max	min	$\sigma$		%RSD
1	4.02	3.87	3.82	3.84	3.88	3.82				3.85	3.88	3.82	0.028	0.73%	0.20
2	5.04	4.93	4.91	4.92	5.01	4.89	4.94	4.93	4.96	4.94	5.01	4.89	0.036	0.73%	0.15
3	6.03	6.04	6.01	5.95	6.08	6.00				6.02	6.08	5.95	0.048	0.80%	0.08
4	7.00	7.01	7.17	7.10	7.20	7.14				7.12	7.20	7.01	0.074	1.03%	0.20
5	45.30	44.86	45.11	45.38	45.70	45.75				45.36	45.75	44.86	0.381	0.84%	0.45
6	50.30	49.59	49.87	50.20	50.51	50.65	50.77			50.27	50.77	49.59	0.465	0.92%	0.71
7	55.40	54.77	55.07	55.46	55.74	55.76				55.36	55.76	54.77	0.432	0.78%	0.63

注)但し、ICP-AES の保証精度は 1ppm に対し 0.97~1.03ppm (2%RSD) である。

【0077】

表 1 と図 7 ～図 9 との結果より、吸光光度計の測定結果と I C P - A E S 測定器の測定結果とでは希釈精度算出に相関が取れているため、吸光光度計によって正確なインライン測定を実現できることがわかった。これにより、吸光光度計が、本発明の目的である p p m オーダーの金属水溶液の濃度測定に適していることを確認できた。

【 0 0 7 8 】

(実施の形態 7)

また本願発明者は、電子天秤を用いた場合とロードセルを用いた場合との希釈精度を算出した。その算出の過程および結果を以下に示す。

【 0 0 7 9 】

まず、電子天秤を用いて、5 p p m の濃度のある金属液を 1 0 L (リットル) 作製する場合の希釈精度算出を示す。

【 0 0 8 0 】

【表 2】

電子天秤精度 (g)	±0.1
ロードセル精度 (g)	±1
濃度計測定精度 (ppm)	±0.7
濃度計摘出量 (g)	30
純水計量精度 (g)	±1

【 0 0 8 1 】

最終的に 5 p p m の濃度の金属液の作製量の最低値 (m i n 値) が 1 0 L になる必要が有るので、逆算より求めて、原液 (1 %) は 5 . 3 g 必要と解る。該必要量と表 2 の条件とから希釈精度を算出する。

【 0 0 8 2 】

(1) 原液投入

5 . 3 g の原液を計量し、結果 5 . 3 0 g だった場合、原液中の金属量は、 $(5 . 3 0 \pm 0 . 1 / 1 0 0) = 0 . 0 5 3 0 \text{ g} \pm 0 . 0 0 1 \text{ g}$  となる。

【 0 0 8 3 】

## (2) 1 回目の希釈

1 回目の希釈にて、50 p p m の濃度に仕上げるため、原液に純水を加え 1060 g の溶液に仕上げる。この時点で、溶液の濃度は、 $(5.30 \pm 0.1) / 100 / (1060 \pm 1) = 50 \text{ p p m} \pm 0.7 \text{ p p m}$  となる。

【0084】

濃度計で計測することで溶液を 30 g 消費した後、天秤測定値を用いて溶液中の金属量を計算すると、 $(1060 - 30 \pm 1) \times (0.000050 \pm 0.0000007) = 0.0515 \text{ g} \pm 0.0017 \text{ g}$  と算出される。

【0085】

## (3) 2 回目の希釈 (最終)

次に、算出した値をフィードバックし、最終希釈濃度の 5 p p m になるよう、また作製量ばらつきを考え、10300 g (10.3 L) に仕上げる。最終希釈濃度および精度は、 $(0.0515 \pm 0.0017) / (10300 \pm 1) = 5 \text{ p p m} \pm 0.17 \text{ p p m}$  となる。

【0086】

同様に、ロードセルを用いた場合の希釈精度を算出すると、最終希釈濃度および精度は、 $5 \text{ p p m} \pm 1.02 \text{ p p m}$  となり、計算上、電子天秤ではロードセルに比べ高度な希釈が可能であることが確認できる。

【0087】

但し、あとここに、タンクおよび配管内の液残り、センサや計測器の経時変化等の影響が加わる。

【0088】

なお、上記の実施の形態においては、原液、希釈用液および希釈液に接する部分の材質がフッ素系樹脂よりなることが好ましい。フッ素系樹脂としては、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE)、テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体 (PFA) が好ましく、特にフッ素含有量が低減されている Super-PFA により主に構成されていることが好ましい。これにより、原液、希釈用液および希釈液が金属部分と接触しないため、金属のコンタミネーションを低減することができ、p p m オーダーの金属希釈にとつ

て適している。

【0089】

今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【0090】

【発明の効果】

以上説明したように本発明の金属水溶液自動希釈装置によれば、測定装置により希釈タンク中の希釈液の光吸収度合いを測定し、かつその測定された光吸収度合いに基づき希釈倍率が所定の値となるように希釈タンク中の希釈液を計量装置の電子天秤により計量することにより、希釈ミスを無くし、%オーダーの濃縮液（原液）を所要の量・濃度のppmオーダーの金属溶液に正確に希釈することが可能となる。

【0091】

また、制御部により、測定装置による測定値と計量装置による計量値とをモニタし、それに基づいて希釈タンクへ送液される原液・希釈用液の量を演算・制御するため、希釈倍率および調合量を連続的かつ自動的に測定・監視することが可能となる。

【0092】

また、安価に製作できる吸光光度計により希釈液濃度を測定するため、高価な原子吸光分析装置やICP装置などの高級分析装置による希釈液濃度のオフライン検査をする必要はない。また、電子天秤による秤量法により計量するため、ロードセルより一桁以上高い分解能での計量が可能となる。

【0093】

以上より、安価で、高精度な金属水溶液の希釈を実現する自動希釈装置を提供することが可能となる。

【0094】

さらに、原液は重量法によって指定量を希釈するため、液温変動による誤差も

なく、手作業による場合のごとき経験、熟練を必要とせず、誰でも精度よく希釈できることから、人的誤差もなく、所要の濃度と量で、しかもモニタ表示により濃度・秤量計測結果の確認が容易であること、供給側の必要な濃度・量を希釈作製が実現できたことより、供給側においても柔軟な対応がとれるようになったことも効果としてあげられる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の実施の形態 1 における金属水溶液自動希釈装置の構成を示す全体の配管系統図である。

【図 2】 本発明の実施の形態 2 における金属水溶液自動希釈装置の構成を示す全体の配管系統図である。

【図 3】 本発明の実施の形態 3 における金属水溶液自動希釈装置の計量ホッパーの構成を示す部分断面図である。

【図 4】 本発明の実施の形態 4 における金属水溶液自動希釈装置の構成を示す全体の配管系統図である。

【図 5】 計量ホッパーに大小 2 種以上の太さの違う配管にて希釈用液を投入したときのタンク内残存液量と濃度との関係を示す図である。

【図 6】 計量ホッパーに大小 2 種以上の太さの違う配管にて希釈用液を投入したときのタンク内残存液量と濃度との関係を示す図である。

【図 7】 吸光光度計と誘導結合プラズマ原子分光分析測定器との測定誤差を示す図である。

【図 8】 濃度 5 p p m 付近における、吸光光度計と誘導結合プラズマ原子分光分析測定器との測定誤差を示す図である。

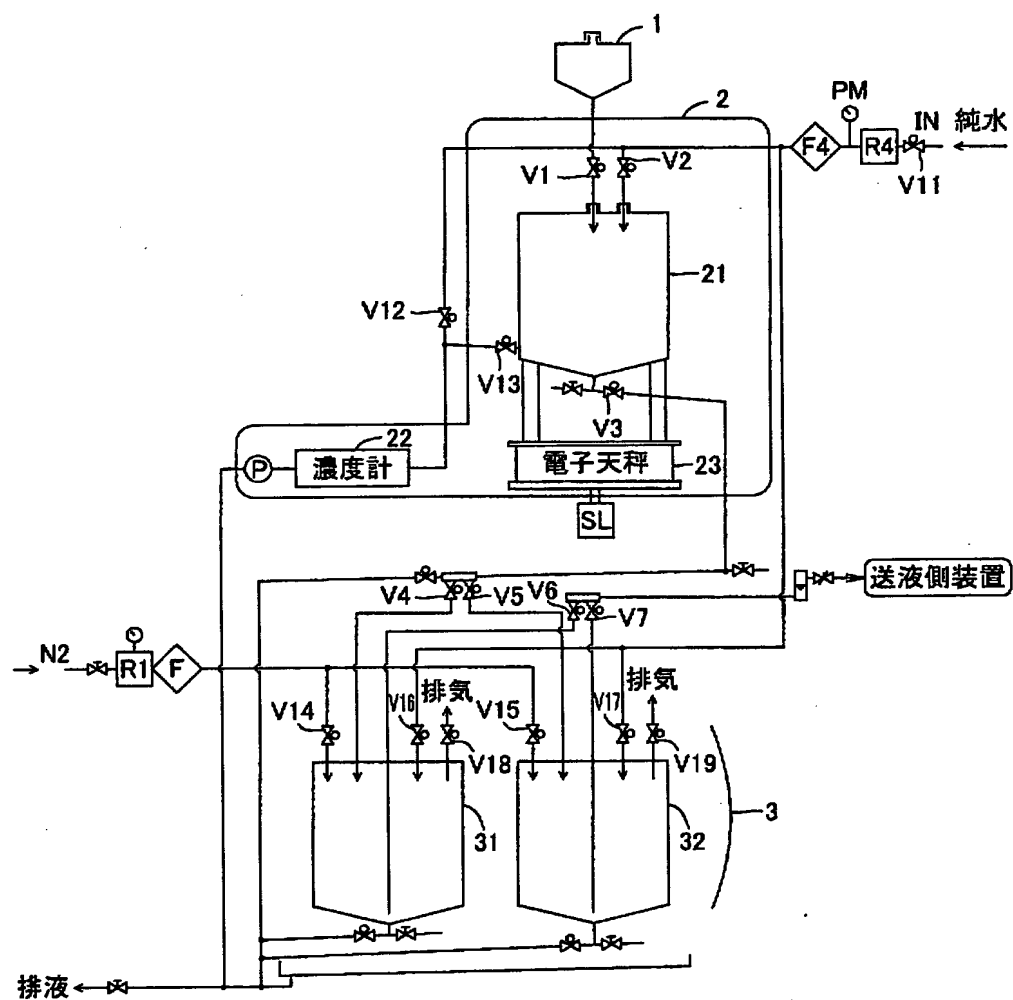
【図 9】 濃度 5 0 p p m 付近における、吸光光度計と誘導結合プラズマ原子分光分析測定器との測定誤差を示す図である。

【符号の説明】

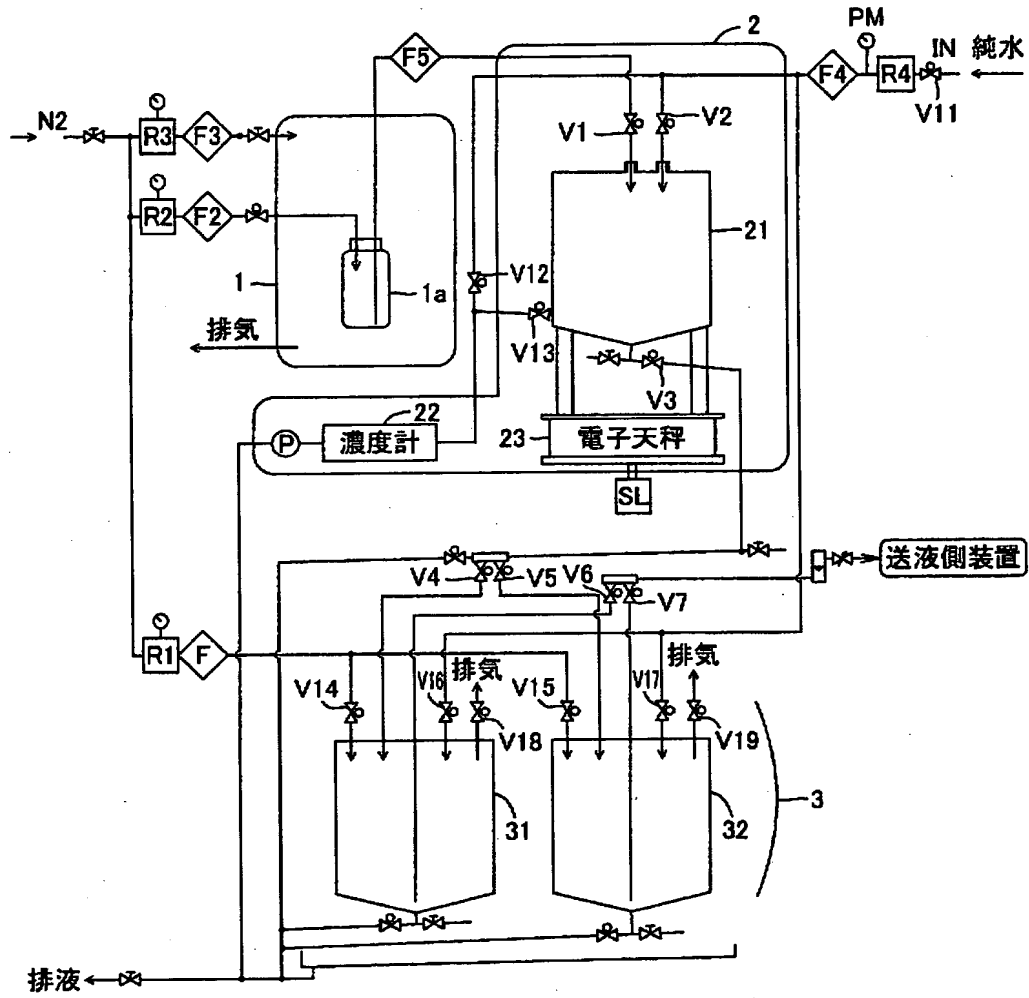
1 原料供給部、1 a ボトル、2 調合部、3 仕上げ部、2 1 計量ホッパー、2 1 a 蓋、2 2 濃度計（吸光光度計）、2 3 電子天秤、2 4 ホッパー、3 1, 3 2 密閉タンク、4 1 配管、V 1 ~ V 7, V 2 a, V 2 b, V 1 1 ~ V 1 9 バルブ。

【書類名】 図面

【図 1】

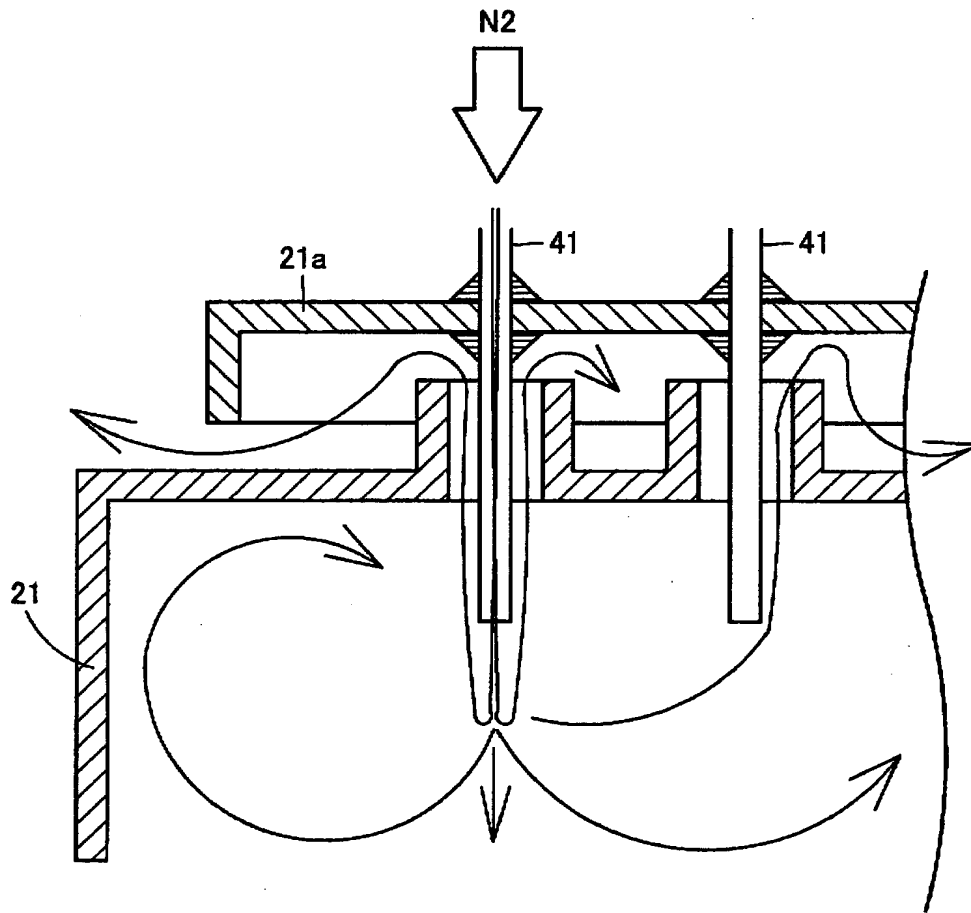


【図 2】

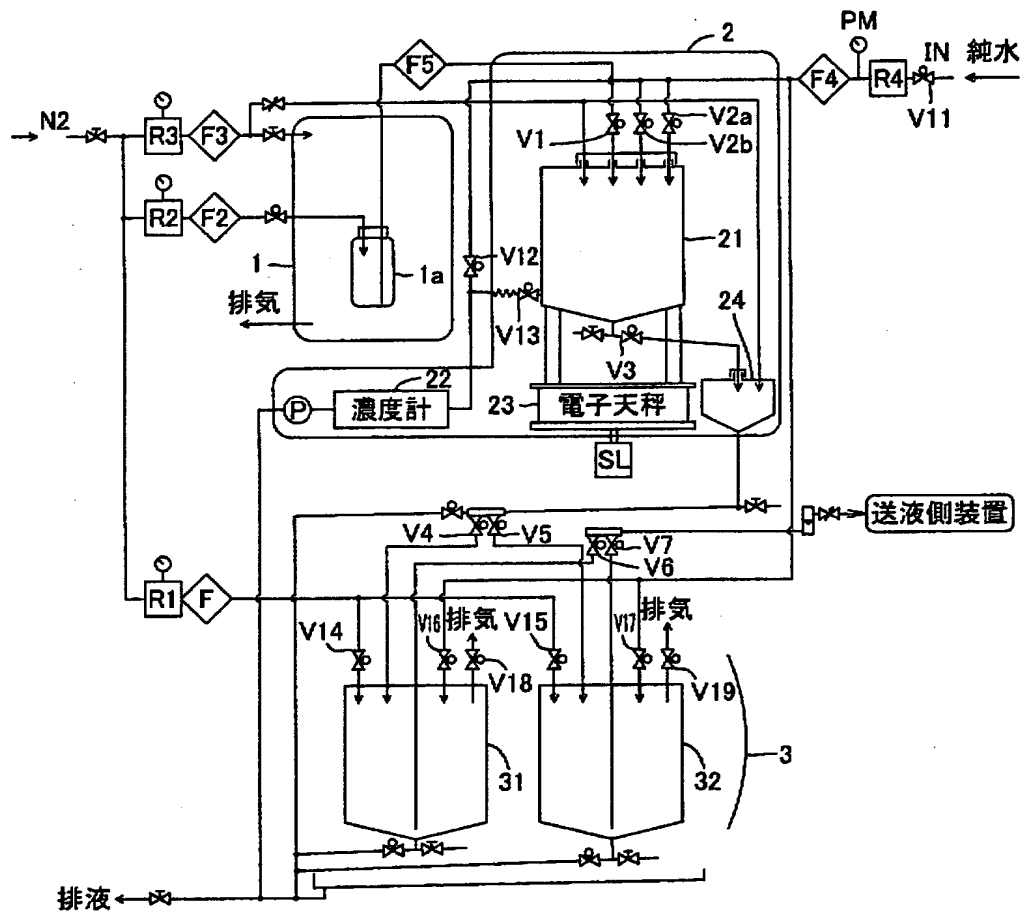




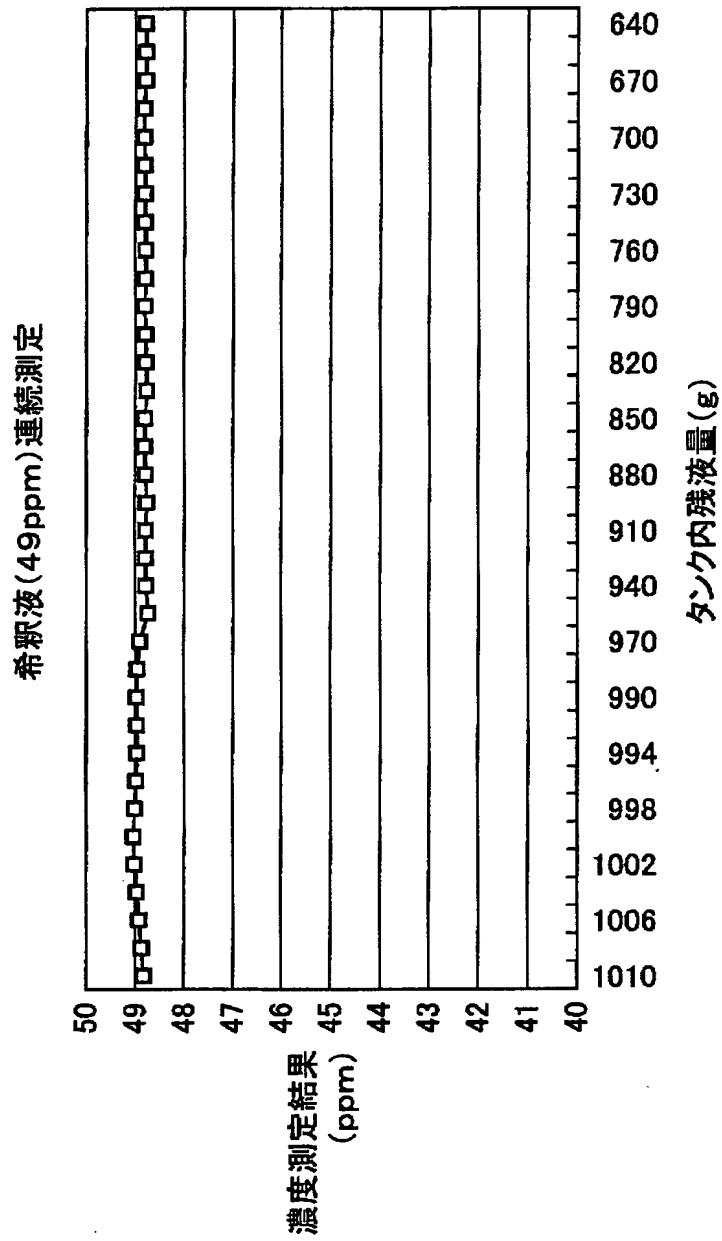
【図 3】



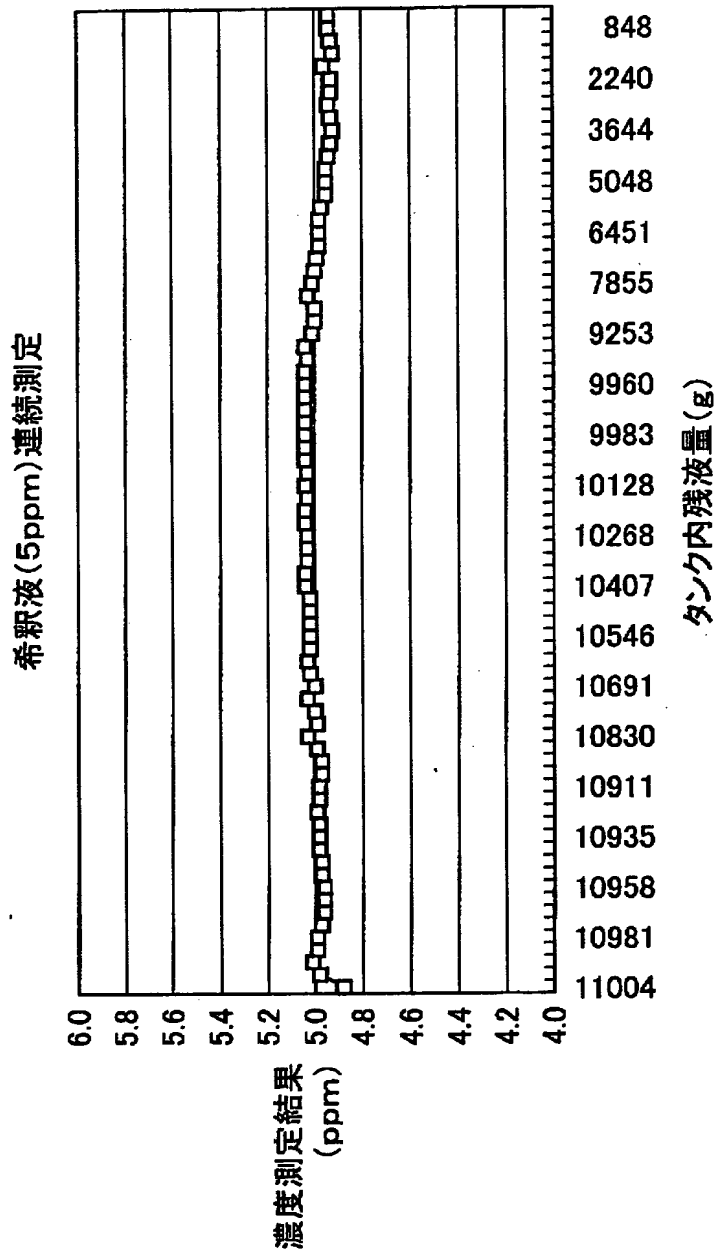
【図 4】



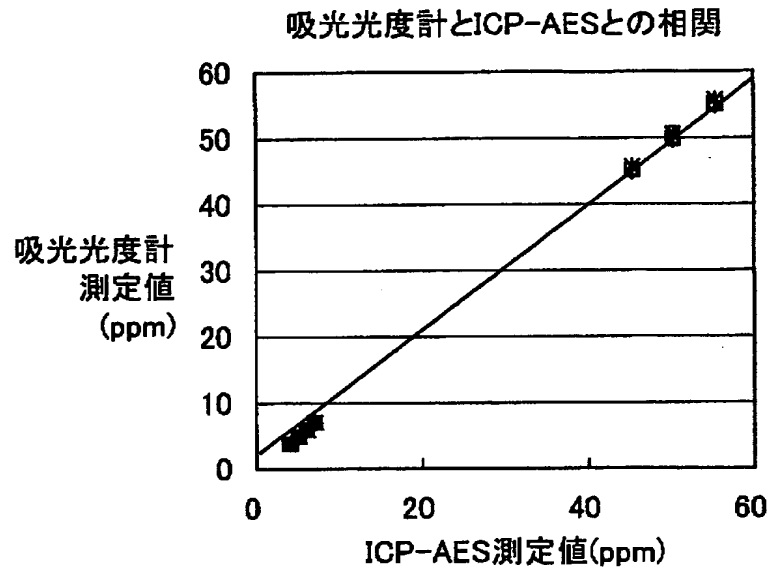
【図 5】



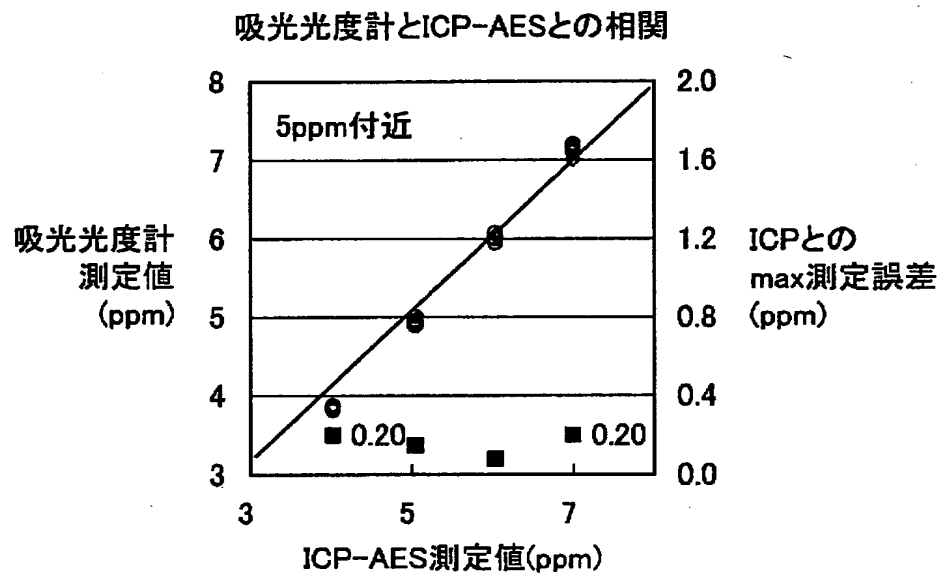
【図 6】



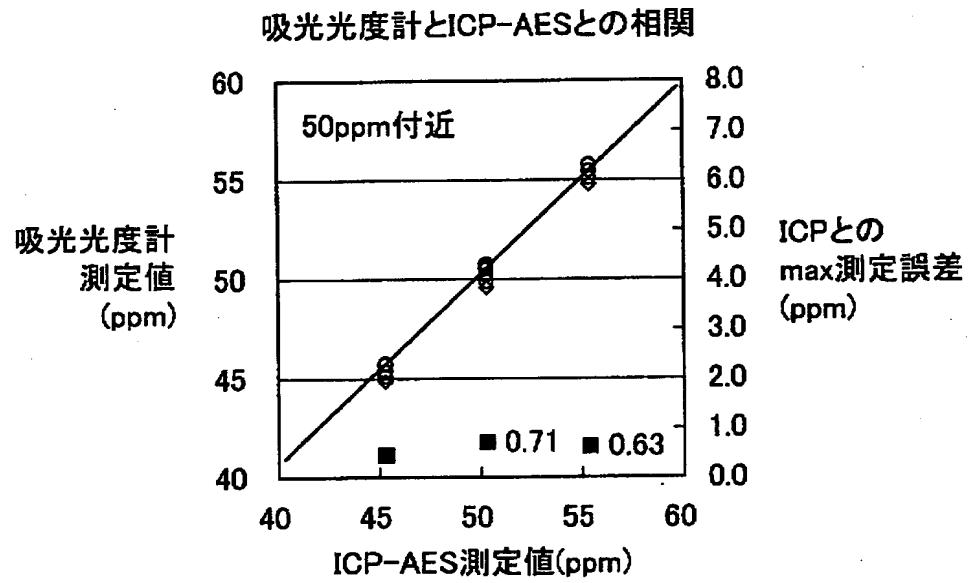
【図 7】



【図 8】



【図 9】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 %オーダーの濃縮液を所要の量・濃度の p p mオーダーの金属溶液に正確に希釈し、インラインで濃度管理しながら供給装置へ正確に送液する事が可能な金属水溶液自動希釈装置を提案する。

【解決手段】 本発明の金属水溶液自動希釈装置では、計量ホッパー 2 1 中の希釈液の光吸収度合いが濃度計（吸光光度計） 2 2 により測定される。この光吸収度合いから求められた希釈倍率が所定の値となるように計量ホッパー 2 1 中の希釈液が電子天秤 2 3 により計量される。濃度計 2 2 による測定値と電子天秤 2 3 による計量値とが制御部によりモニタされ、かつ濃度計 2 2 により測定された光吸収度合いに基づき希釈倍率が所定の値となるように計量ホッパー 2 1 へ送液される原液・希釈用液の量が演算され制御される。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 0 4 9]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 9 日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府大阪市阿倍野区長池町 2 2 番 2 2 号
氏 名	シャープ株式会社